

مهندسی متالورژی و مواد

https://jmme.um.ac.ir/



بررسی اثر پیرسازی بر ریزساختار و سختی آلیاژ آنتروپی بالای $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$ *

مقاله پژوهشی

ابراهیم یوسفی[۱] معصومه سیف‌اللهی[۲]  سید مهدی عباسی[۳]

DOI: 10.22067/jmme.2023.80793.1101

چکیده در این پژوهش، تأثیر پارامترهای دما و زمان پیرسازی بر ریزساختار و سختی آلیاژ آنتروپی بالای $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$ مورد بررسی قرار گرفته است. نمونه‌ها در دماهای ۸۵۰، ۹۰۰ و ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۶-۱ ساعت پیرسازی شدند و ریزساختار آنها توسط تفرق اشعه ایکس و میکروسکوپ الکترونی روبشی ارزیابی شد. ریزساختار شامل رسوبات γ' و فاز NiAl در زمینه γ است. با افزایش دمای پیرسازی، کسر حجمی و اندازه رسوبات γ' در زمان ۸ ساعت از ۶۰ درصد و ۳۳۸ نانومتر در ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد تا ۳۱ درصد و ۱۲۳ نانومتر در ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد کاهش یافته است. همچنین مورفولوژی رسوبات γ' اولیه از شبه کروی به کروی تغییر پیدا کرده است. با افزایش دمای پیرسازی ابتدا سختی نمونه‌ها از ۳۱۴ تا ۳۲۹ ویکرز افزایش و سپس تا ۳۲۷ ویکرز کاهش پیدا کرده است. بهترین خواص کشش دمای بالا با استحکام کششی ۸۴۰/۹ مگاپاسکال و انعطاف‌پذیری ۱۷/۹ درصد در دمای پیرسازی ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد حاصل شده است.

واژه‌های کلیدی آلیاژ آنتروپی بالا، $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$، گاماپرایم، ریزساختار، سختی.

Investigation the Effect of Ageing on Microstructure and Hardness of $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$ High Entropy Alloy

Ebrahim Yousefi Masumeh Seifollahi Seyed Mahdi Abbasi

Abstract The effect of ageing time and temperature on the microstructure and hardness of $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$ high entropy alloys is investigated in this article. The alloy melted in vacuum induction melting furnace and purified using vaccum arc remelting process. Then homogenized at 1220°C for 17 hours. Then sample aged at 850, 900 and 950°C for 1-16 hours and assessed using XRD and SEM. The microstructure is involved γ′and NiAl precipitates and γ matrix. With increasing ageing temperature, the volume fraction and size of γ′ decreased from 60 Vol% and 338 nm at 850°C to 31 Vol% and 123 nm at 950°C, respectively. The γ′primary morphology is cubic which changed to square and semi-square like. The hardness of alloy is 314, 329 and 327 Hv at 850, 900 and 950 °C, respectively. According to these results, 850°C for 8 hours is the best ageing conditions. The best high temperature tensile properties of 840.9 MPa ultimate tensile strength and 17.9 elongation obtained at 850 °C.

Key Words High Entropy Alloy, $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$, Gamma Prime, Microstructure, Hardness

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۱/۱۱/۸ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۲/۳/۳۱ می‌باشد.

(۱) محقق ارشد، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوری‌های ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر.
(۲) استادیار، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوری‌های ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر.
(۳) استاد، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوری‌های ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر.

Email: m_seifollahi@mut.ac.ir

مقدمه

آلیاژهای آنتروپی بالا به‌عنوان آلیاژهای محلول جامد و شامل حداقل پنج عنصر اصلی با درصدهای اتمی تقریبا مساوی (۳۵-۵٪) معرفی شدند. آنتروپی بالای این آلیاژها منجر به تشکیل محلول جامد با ریزساختار ساده به‌جای ریزساختار پیچیده می‌شود. خواص کششی آلیاژهای آنتروپی بالا به عواملی از جمله عناصر موجود در آلیاژ، فازهای تشکیل‌شده، ساختار کریستالوگرافی و همگنی ساختار بستگی دارد. تشکیل فاز γ' (با ترکیب مشابه در سوپر آلیاژهای پایه نیکل) در برخی از آلیاژهای آنتروپی بالای حاوی تیتانیوم، در حین عملیات حرارتی پیرسازی منجر به افزایش استحکام تسلیم، استحکام کششی و داکتیلیته با افزایش دما می‌شود [1,2].

پس از معرفی آلیاژهای آنتروپی بالا برای کاربردهای دمای بالا، آلیاژ $Al_{17}Co_{17}Cr_{17}Cu_{17}Fe_{17}Ni_{17}$ با کسر اتمی برابر به‌عنوان یک ماده اولیه و طی یک مسیر بهینه‌سازی طولانی منجر به آلیاژ $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$ شده است، که خواص مکانیکی امیدوارکننده‌ای را نشان می‌دهد. استحکام کششی و انعطاف‌پذیری این آلیاژ بر اساس ریزساختار پایدار تا محدوده دمایی ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد، حتی از آلیاژ ۸۰۰H و اینکونل ۶۱۷ بهتر می‌باشد. همچنین در این محدوده دمایی دارای خواص مکانیکی بهتری نسبت به سایر آلیاژهای آنتروپی بالا و آلیاژهای پیچیده ترکیبی می‌باشد [3].

تحقیقات [4] نشان داده که ریزساختار آلیاژ آنتروپی بالای $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$ پس از پیرسازی شامل فاز γ' منظم $L1_2$ در زمینه γ، محلول جامد FCC به همراه رسوبات سوزنی شکل B2 است. گزارش شده [3,5,6] که در دماهای بالاتر از ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد، رسوبات γ' حل خواهند شد و در دماهای کمتر از ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد، امکان تشکیل و تثبیت فازهای شکننده مانند سیگما و NiAl وجود دارد. در تحقیقی دیگر [7] سه فاز Fe_2Cr، $Fe_{0.2}Ti_{0.8}$ و Ni_2AlTi در آلیاژ ریختگی $AlCrFeNiTi_{0.5}$ یافت شده که به نوبه خود منجر به افزایش استحکام می‌شوند؛ در حالی که دارای انعطاف‌پذیری معقولی در مقایسه با AlCrFeNi است. همچنین بیان شده است که استحکام تسلیم کششی برای آلیاژ $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$ در محدوده ۴۰۰ الی ۶۰۰ مگاپاسگال با کرنش شکست ۱۲ الی ۳۰ درصد است.

تحقیقات در حوزه آلیاژهای آنتروپی بالا نسبتا جدید بوده و اولین مقاله در سال ۲۰۰۴ به چاپ رسیده است. در اکثر مقالات نیز تمرکز بر خواص فشاری است و به خواص کششی کمتر پرداخت شده است. در مورد آلیاژ $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$ نیز بیشتر مطالعات انجام شده متمرکز بر تأثیر عناصر آلیاژی بر ریزساختار و خواص آلیاژ بوده است و تحقیقات کمی پیرامون پیرسازی این آلیاژ انجام شده است. با توجه به اینکه رسوبات γ' در محدوده دمایی وسیعی در آلیاژ $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$ پایدار هستند، ضرورت بررسی‌های بیشتر عملیات حرارتی را که جزئی جدایی‌ناپذیر از تولید قطعات صنعتی است، نشان می‌دهد. تولید این آلیاژ و بهبود خواص آن می‌تواند زمینه‌ای برای جایگزینی این آلیاژها با سوپر آلیاژها و ارتقای عملکرد موتورهای هوایی در صنایع مختلف در سال‌های آینده را فراهم کند [8]. آلیاژهای آنتروپی بالای AlCoCrFeNiTi در حوزه مواد دمای بالا می‌تواند شکاف بین فولادها و سوپرآلیاژهای پایه نیکل (دمای بیشتر از ۶۵۰ و کمتر از ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد) را با هزینه کمتر پر کند [9]. انجام عملیات حرارتی پیرسازی جهت رسوب فاز γ' با مورفولوژی، اندازه و کسر حجمی مناسب در ساختار آلیاژ و جلوگیری از تشکیل رسوبات مضر و دستیابی به ریزساختاری برای کاربردهای دمایی بیشتر از ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد، مستلزم بهینه‌سازی پارامترهای عملیات حرارتی پیرسازی است [10-16]. در مقاله [16,17]، اثر همگن‌سازی و زمان پیرسازی بر ریزساختار و خواص مکانیکی آلیاژ آنتروپی بالای $Al_{0.7}CoCrFeNi$ توسط نویسندگان بررسی شده است. هدف از انجام این پژوهش، دستیابی به شرایط مناسب پیرسازی جهت دستیابی به بهترین خواص کششی در یک آلیاژ آنتروپی بالای حاوی فاز گاماپرایم است. زیرا یکی از چالش‌ها در آلیاژهای آنتروپی بالا بهبود خواص کششی است.

روش آزمایش

آلیاژ آنتروپی بالای $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$ از عناصر تشکیل دهنده با خلوص بالای ۹۹/۵ درصد در کوره ذوب القایی تحت خلأ ذوب و ریخته‌گری شد، برای رفع عیوب ریختگی و بهبود همگنی ساختار و کاهش ساختار دندریتی، آلیاژ تحت عملیات ذوب مجدد قوسی تحت خلأ قرار گرفت. مشخصات کوره‌ها و شرایط ریخته‌گری در جدول (۱) ارائه شده است.

ابعاد شمش نهایی و پس از فرایند ذوب مجدد با قطر ۱۲ و طول ۲۵ سانتی‌متر می‌باشد.

جدول ۱ مشخصات کوره‌ها و شرایط ریخته‌گری

نام کوره	ظرفیت	توان	بوته	قالب	خلأ اولیه
VIM	۱۶ کیلوگرم	۳۰ کیلو وات	آلومینیایی	گرافیتی	5×10^{-4} میلی بار
نام کوره	شدت جریان	ولتاژ	قالب		
VAR	۳۵۰۰ آمپر	۳۰–۳۱ ولت	مسی آبگرد		

جدول ۲ مقایسه ترکیب اسمی آلیاژ با ترکیب شمش تولید شده

عنصر آلیاژی	Al	Co	Cr	Fe	Ni	Ti
ترکیب اسمی(درصد وزنی)	۵	۲۷/۳	۷/۷	۱۵/۵	۳۹/۱	۵/۳
ترکیب اسمی(درصد اتمی)	۱۰	۲۵	۸	۱۵	۳۶	۶
نتایج EDS(درصد وزنی)	۵/۴	۲۶/۹	۷/۳	۱۵/۳	۳۹/۴	۵/۳
نتایج EDS(درصد اتمی)	۱۰/۹	۲۴/۵	۷/۶	۱۴/۷	۳۶	۶

ترکیب شیمیایی آلیاژ آنتروپی بالای $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$ تهیه شده با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل MEGA3 و به کمک آنالیزگر EDS اندازه‌گیری شد و نتایج آن در جدول (۲)، ارائه شده است.

آلیاژ در دمای ۱۲۲۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۷ ساعت همگن شد، برای جلوگیری از ایجاد ترک در مرز دانه‌ها شمش تا دمای ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد با نرخ ۰/۰۸ درجه سانتی‌گراد بر ثانیه در کوره و سپس در هوا تا دمای محیط سرد شد. نمونه‌های همگن شده به ابعاد ۱ سانتی‌متر مکعب در دماهای ۸۵۰، ۹۰۰ و ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت‌های ۱، ۲، ۴، ۸ و ۱۶ ساعت تحت عملیات حرارتی پیرسازی قرار گرفتند.

نمونه‌ها به ابعاد ۱×۱×۱ سانتی‌متر از کناره‌های شمش پس از سنگ‌زنی توسط وایرکات برش داده شدند. جهت بررسی‌های ریزساختاری پس از آماده‌سازی سطحی (سنباده‌زنی تا سنباده شماره ۳۰۰۰ و پولیش نمونه‌ها با خمیر آلومینا)، نمونه‌ها در محلول $HCl + HNO_3 + H_2O$ به نسبت‌های برابر به مدت زمان ۳ دقیقه اچ شدند. جهت بررسی‌های ریزساختاری از میکروسکوپ نوری OLYMPUS و میکروسکوپ الکترونی روبشی MIRA3 مجهز به آنالیز عنصری EDS استفاده شد. اندازه‌گیری قطر و تعیین کسر حجمی رسوبات γ' بر اساس استاندارد ASTM E562 و ASTM E3 و توسط نرم‌افزار ImageJ انجام شد. همچنین جهت فازیابی از دستگاه XRD، ASENWARE مدل AW-XDM300 با تابش CuKα و طول موج ۱/۵۴ آنگستروم استفاده شد. جهت تحلیل داده‌های آنالیز XRD از نرم‌افزار Xpert استفاده شد.

خواص کششی نمونه‌های مختلف در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد توسط دستگاه کشش Instron مدل ۸۵۰۲ متصل به کامپیوتر انجام گرفت. نمونه تخت به ابعاد کلی ۳ × ۱۰ × ۸۰ میلی‌متر و ابعاد سنجه ۳ × ۶/۲۵ × ۲۵ میلی‌متر، مطابق با استاندارد ASTM-E8 به‌وسیله وایرکات برای آزمایش کشش گرم تهیه شدند. آزمایش کشش با نرخ کرنش $1.3\times10^{-3}\ s^{-1}$ انجام شد. پس از هم‌دمایی نمونه با دمای آزمایش، نمونه به مدت ۱۰ دقیقه در آن دما نگهداری شد و پس از آن تا وقوع شکست کشیده شد.

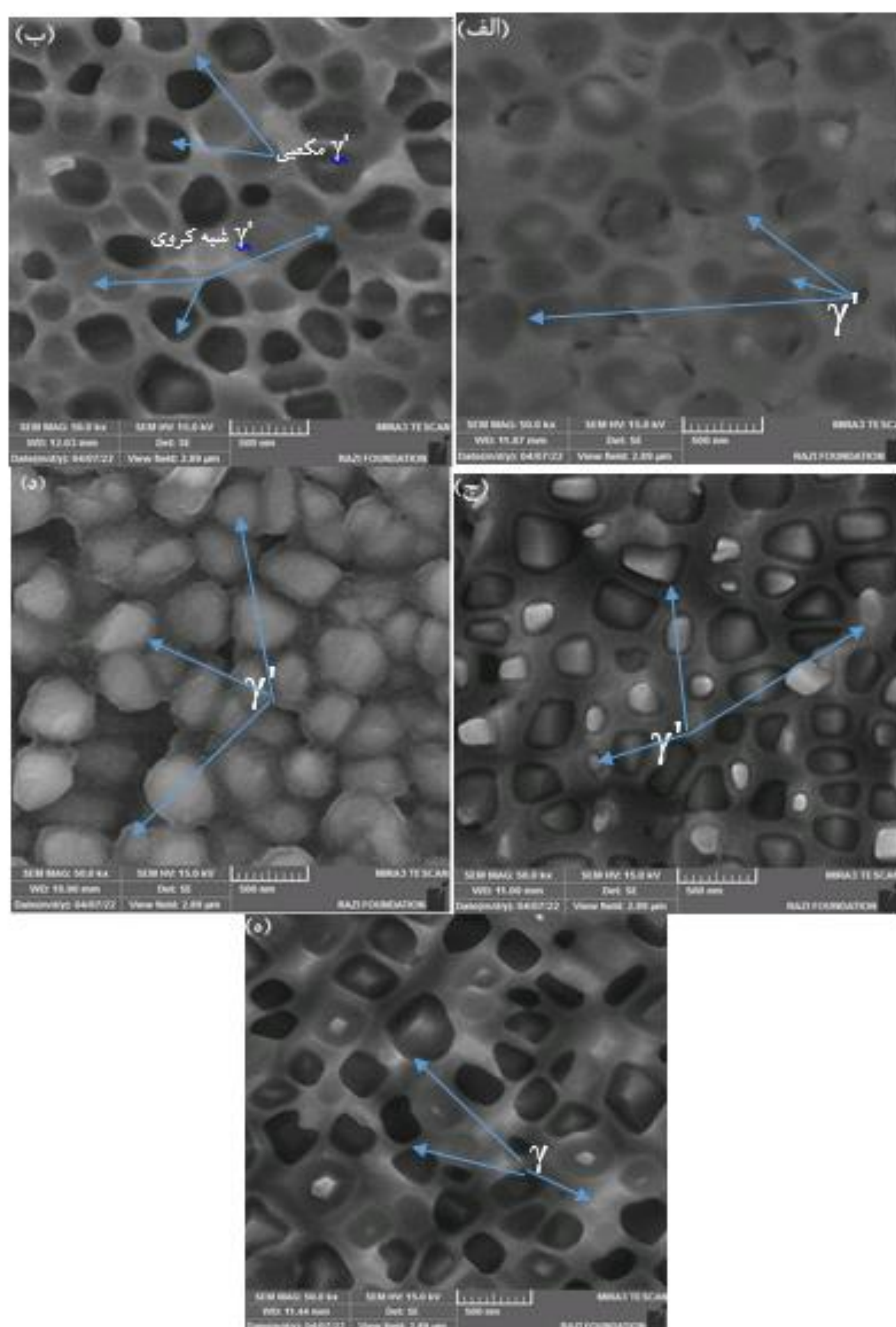
همچنین سختی نمونه‌ها با دستگاه سختی‌سنج ویکرز مدل DVRB-TV ساخت شرکت ESEWAY و تحت نیروی کیلوگرم، انجام شد. هر عدد سختی گزارش شده میانگین ۵ اندازه‌گیری می‌باشد.

نتایج و بحث

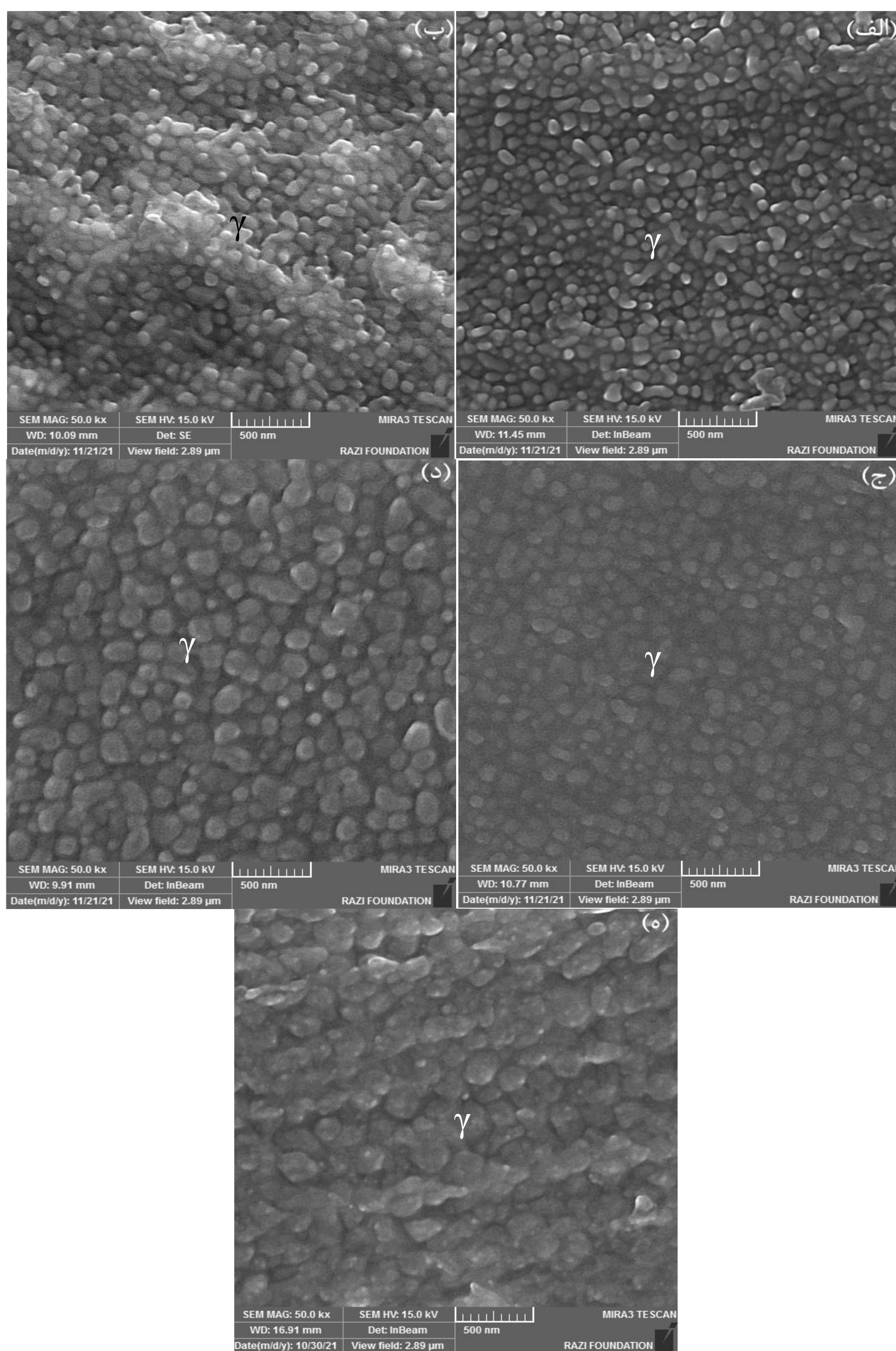
ریزساختار نمونه‌های پیرسازی شده در دمای ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت‌های ۱، ۲، ۴، ۸ و ۱۶ ساعت در شکل (۱) نشان داده شده است. رسوبات فاز γ' در تصاویر به شکل‌های شبه کروی و مکعبی مشاهده می‌شود. در زمان‌های مختلف پیرسازی، توزیع متفاوتی از اندازه رسوبات γ' مشاهده می‌شود.

با افزایش زمان پیرسازی اندازه و مورفولوژی رسوبات γ' تغییر می‌کند، با افزایش زمان پیرسازی در دمای ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد اندازه متوسط رسوبات γ' اولیه که در حین سرد کردن شمش از دمای آنیل ۱۲۲۰ درجه سانتی‌گراد تشکیل شده بودند، به صورت پیوسته افزایش پیدا می‌کند. همچنین مورفولوژی رسوبات از حالت شبه کروی به حالت مکعبی سوق پیدا کرده است. این موضوع به این معنی می‌باشد که تشکیل و رشد γ' یک استحاله نفوذی است و اندازه و مورفولوژی این رسوبات به دما و زمان پیرسازی بستگی دارد.

تصاویر ریزساختاری آلیاژ آنتروپی بالای $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$ پس از پیرسازی در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱، ۲، ۴، ۸ و ۱۶ ساعت در شکل (۲) نشان داده شده است.



شکل ۱ تصویر FESEM از آلیاژ آنتروپی بالای $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$ پیرسازی شده در دمای ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت: الف) ۱، ب) ۲، ج) ۴، د) ۸ و ه) ۱۶ ساعت



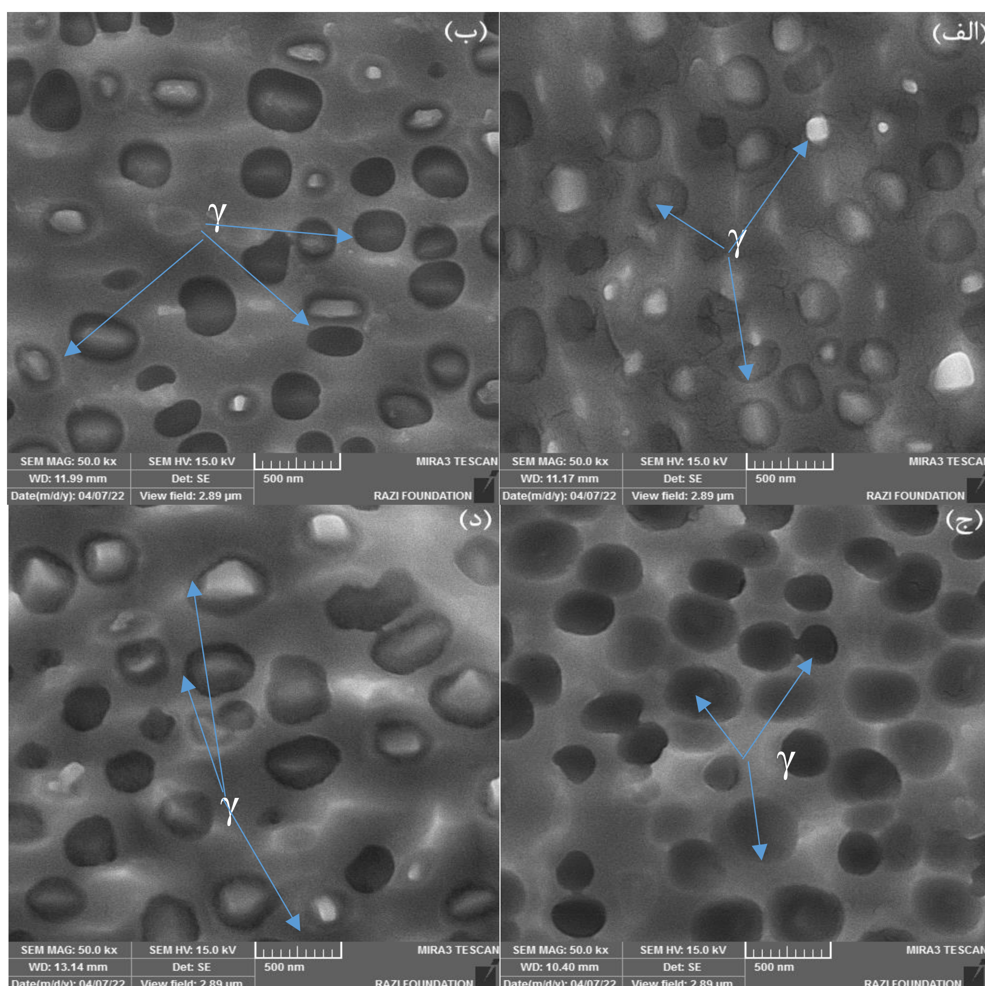
شکل ۲ تصویری FESEM از ریزساختار آلیاژ آنتروپی بالای Al10Co25Cr8Fe15Ni36Ti6 پیرسازی شده در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت: الف) ۱، ب) ۲، ج) ۴، د) ۸، و ه) ۱۶ ساعت

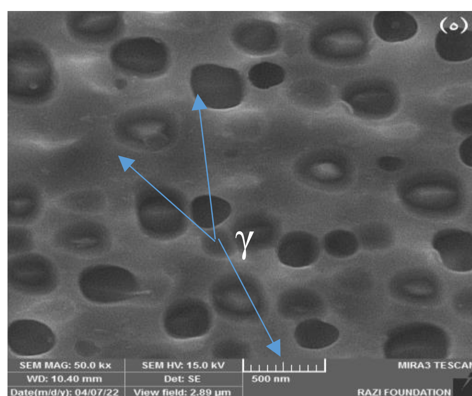
با افزایش دمای پیرسازی تا ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد، رسوبات γ' اولیه در زمینه حل شده و رسوبات ثانویه با اندازه متوسط کوچک‌تر در حدود ۷۲ نانومتر تشکیل می‌شوند، اندازه رسوبات همانند پیرسازی قبلی با افزایش زمان به صورت پیوسته افزایش پیدا می‌کنند. مورفولوژی رسوبات در این عملیات حرارتی به صورت شبه کروی می‌باشد.

شکل (۳) تصاویر تهیه شده توسط FESEM از ریزساختار آلیاژ آنتروپی بالای $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$ پس از عملیات حرارتی در دمای ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت زمان‌های ۱، ۲، ۴، ۸ و ۱۶ ساعت را نشان می‌دهد.

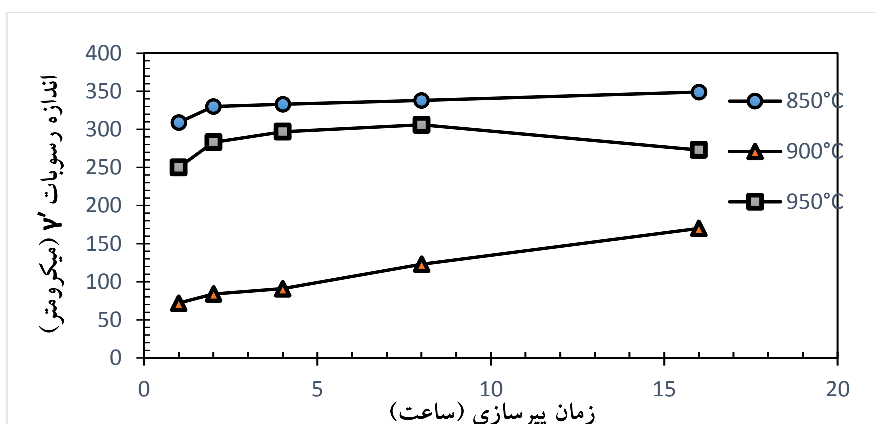
مشابه حالت قبل با افزایش دمای پیرسازی، رسوبات γ' اولیه که در نمونه انحلالی وجود داشتند حل شده و با شروع عملیات حرارتی در زمان ۱ ساعت رسوبات γ' نسبتا درشت (با اندازه متوسط حدود ۲۵۰ نانومتر) تشکیل می‌شوند. با افزایش زمان پیرسازی تا ۸ ساعت اندازه رسوبات به صورت پیوسته در حال افزایش است و مورفولوژی رسوبات به صورت آهسته از حالت شبه کروی خارج و به حالت مکعبی نزدیک می‌شوند.

بر اثر سرمایش در کوره پس از عملیات انحلالی، ذرات رسوبی γ' به دلیل زمان بیشتری که در حین سرمایش، برای جوانی زنی در اختیار دارند؛ تشکیل می‌شوند که به آنها γ' اولیه گفته می‌شود و در حین عملیات حرارتی پیرسازی، γ'های اولیه رشد می‌کنند. به عبارتی می‌توان گفت جوانی زنی، فارغ از نرخ سرمایش، در طول فرایند سرد شدن اتفاق می‌افتد. جوانی زنی γ' به دو عامل مهم انرژی آزاد شیمیایی (مربوط به زمینه فوق اشباع) و انرژی مرزدانه‌ای که شامل انرژی‌های سطحی و انرژی الاستیک (توسط عدم تطابق شبکه بین رسوبات γ' و γ تعیین می‌شود) است بستگی دارد.

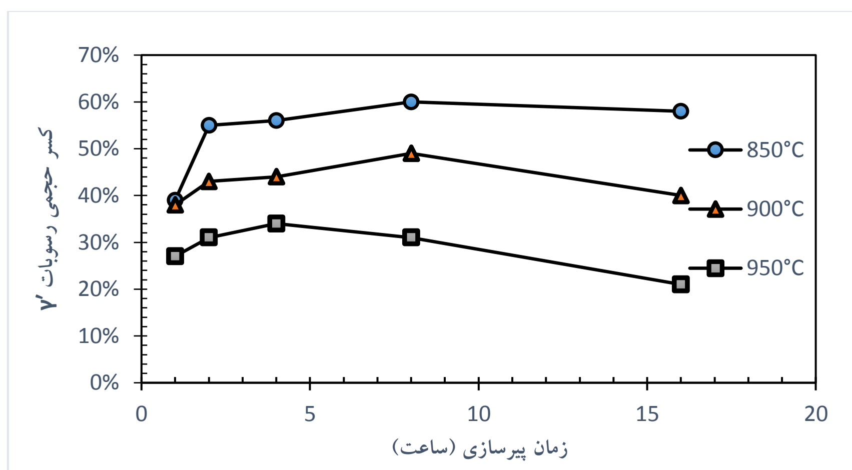




شکل ۳ تصویری FESEM از ریزساختار آلیاژ آنتروپی بالای $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$ پیرسازی شده در دمای ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت: الف) ۱، ب) ۲، ج) ۴، د) ۸ و ه) ۱۶ ساعت



الف



ب

شکل ۴– منحنی تغییرات الف) اندازه رسوبات و ب) کسرحجمی γ' در آلیاژ آنتروپی بالای $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$ با افزایش زمان پیرسازی در دماهای ۸۵۰، ۹۰۰ و ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد

تغییرات اندازه و کسر حجمی رسوبات γ' بر حسب زمان اندازه‌گیری شده و در شکل (۴) نشان داده شده است. به طور کلی روند افزایش اندازه رسوبات تا زمان ۲ ساعت تند بوده و با افزایش بیشتر زمان پیرسازی این روند کندتر شده است. با توجه به شکل (۴)، در دمای ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد، با افزایش زمان پس از ۴ ساعت، و در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد پس از ۸ ساعت، کسر حجمی کاهش و اندازه رسوبات افزایش می‌یابد، به علت بالا بودن دما و نفوذی بودن فرایند، با افزایش زمان، شرایط برای انحلال رسوبات فراهم شده و کسر حجمی کاهش می‌یابد. در دمای ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد، روند پس از ۲ ساعت کند شده که نشان از کاهش فوق اشباع زمینه است. لازم به ذکر است با توجه به اینکه آلیاژ آنتروپی بالای مورد بحث در این پژوهش دارای زمینه محلول جامد است و فازهای ثانویه که جلوی تشکیل رسوبات را بگیرند، وجود ندارد؛ لذا تشکیل رسوبات به سرعت انجام گرفته و در همان زمان‌های اولیه، تشکیل رسوبات انجام شده و کامل می‌شود و فوق اشباع به سرعت کاهش می‌یابد.

پارامتر عدم انطباق شبکه (δ) γ و γ' برای نمونه‌های پیرسازی شده در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد برای زمان‌های متفاوت در محدوده $۳/۲\times۱۰^{-۳}$ الی $۳/۵\times۱۰^{-۳}$ گزارش شده است [18]. در مورد پژوهش حاضر عدم تطابق مثبت وجود دارد. عدم تطابق مثبت در برخی از سوپرآلیاژهای پایه نیکل مانند SC16 [19] و MC520 [20] و اغلب سوپر آلیاژهای پایه Co وجود دارد. طبق بر روی علامت و بزرگی عدم تطابق شبکه γ–γ' در سوپر آلیاژها، عدم تطابق شبکه مثبت می‌تواند نشانه‌ای برای خواص کششی خوب در دمای بالا باشد [21].

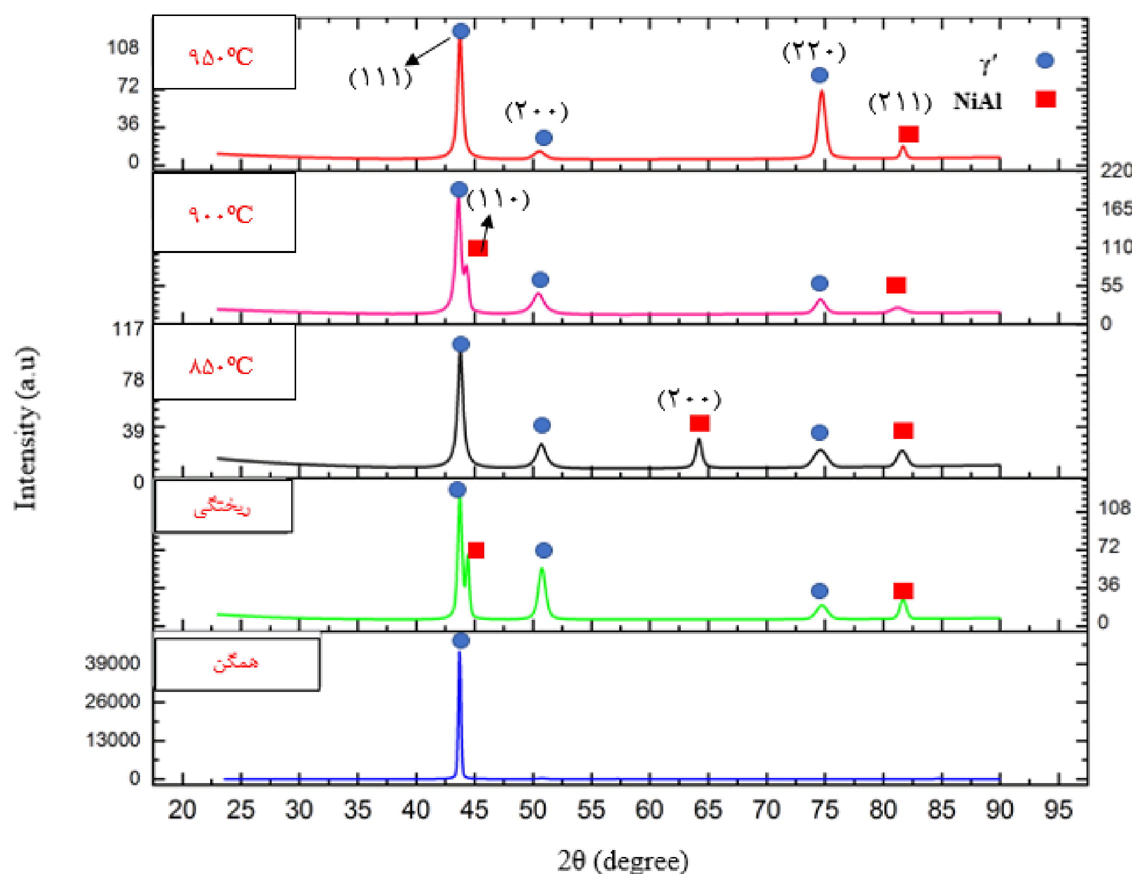
همان‌طور که در شکل‌های (۱) تا (۴) مشاهده می‌شود، با افزایش دمای پیرسازی، اندازه و شکل ذرات رسوبی γ' اولیه تغییر پیدا کرده است. ذرات رسوبی ایجاد شده، مکعبی شکل هستند و با شروع پیرسازی در دمای ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد شروع به رشد می‌کنند. با افزایش دمای پیرسازی تا ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد مورفولوژی ذرات به سمت چند وجهی و کروی متمایل شده است. به عبارتی با افزایش دمای پیرسازی، مورفولوژی ذرات رسوبی γ' اولیه از حالت مکعبی به حالت چند وجهی و کروی تغییر می‌کند. مطابق اندازه‌گیری‌های انجام شده، با شروع عملیات پیرسازی اندازه رسوبات γ' اولیه از ۲۷۳ تا ۳۴۹ نانومتر افزایش پیدا می‌کند و سپس زمانی که دمای پیرسازی به ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد می‌رسد، اندازه ذرات رسوبی γ' ثانویه نسبت به دمای پیرسازی ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد به حدود ۷۲ نانومتر در زمان پیرسازی ۱ ساعت کاهش پیدا می‌کند. لازم به ذکر است که در همه دماهای پیرسازی با افزایش زمان، روند افزایشی اندازه رسوبات وجود دارد. در حین پیرسازی در ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد، اندازه رسوبات از ۷۲ نانومتر در زمان ۱ ساعت به ۱۷۰ نانومتر در زمان ۱۶ ساعت افزایش پیدا می‌کند. با افزایش بیشتر دمای پیرسازی تا ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد، اندازه ذرات γ' به ۳۰۶ نانومتر در زمان ۸ ساعت افزایش پیدا می‌کند، و با ادامه افزایش زمان پیرسازی، رسوبات γ' شروع به انحلال در زمینه می‌کنند. مشابه این شرایط در پژوهش [22] نیز مشاهده شده است. به طور کلی با افزایش دمای پیرسازی از ۸۵۰ تا ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد در زمان ثابت ۸ ساعت کسر حجمی رسوبات γ' کاهش پیدا می‌کند. بیشترین کسر حجمی رسوبات γ' مربوط به پیرسازی ۸ ساعت و در حدود ۶۰٪ حجمی است.

درشت شدن، مرحله‌ای از استحاله فازی است که در بسیاری از سیستم‌های فلزی و غیرفلزی که در آن ذرات با اندازه‌های متفاوت در زمینه توزیع شده‌اند، مشاهده شده است. نیروی محرکه برای این فرایند، کاهش انرژی سطحی کل است که با رشد ذرات بزرگ‌تر در رقابت با ذرات کوچک‌تر که در زمینه حل می‌شوند اتفاق می‌افتد. انرژی کل یک سیستم دو فازی می‌تواند از طریق افزایش اندازه فاز دوم و در نتیجه کاهش در فصل مشترک کل، کاهش یابد [23].

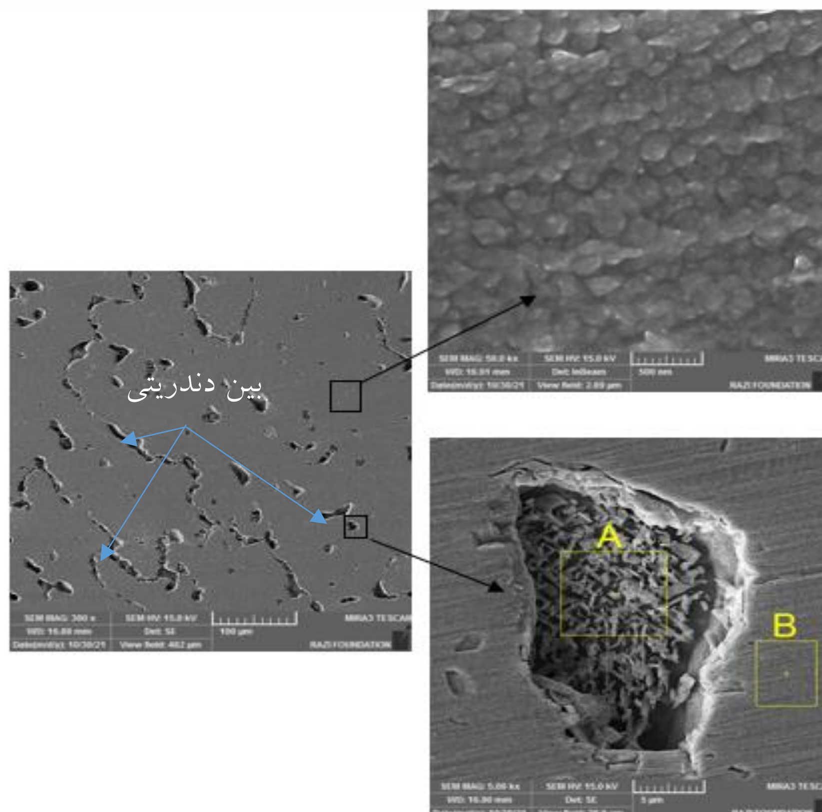
شکل (۵) الگوی پراش اشعه ایکس مربوط به آلیاژ آنتروپی بالای $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$ را در شرایط مختلف ریختگی و عملیات حرارتی شده نشان می‌دهد. پیک‌های مشاهده شده در آنالیز XRD در حالت ریختگی با فاز بین فلزی NiAl و فاز γ' مطابقت دارد. با انجام عملیات حرارتی همگن

سازی در دمای ۱۲۲۰ درجه سانتی‌گراد، پیک‌های مطابق با فاز NiAl و برخی پیک‌های مطابق فاز γ' حذف شده‌اند. پس از پیرسازی در دماهای ۸۵۰، ۹۰۰ و ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد، مجددا فازها تشکیل می‌شوند. مقایسه پیک‌های XRD آلیاژهای پیرسازی شده در دمای ۸۵۰، ۹۰۰ و ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد نشان می‌دهد که شدت پیک XRD با افزایش دمای پیرسازی ابتدا افزایش و سپس کاهش پیدا کرده است. قله‌های (۱۱۱)، (۲۰۰) و (۲۲۰) برجسته‌ترین پیک‌ها هستند، معمولا پیک (۱۱۱) بیشترین شدت را در ساختارهای کریستالی FCC دارد. بازتاب‌های (۱۱۱)، (۲۰۰) و (۲۲۰) برای هر دو فاز γ و γ' رخ می‌دهد که نشان‌دهنده ساختار منظم $L1_2$ است. پیک‌های (۱۱۰) و (۲۱۱) نیز با فاز بین فلزی NiAl مطابقت دارند. نتایج آنالیز فازی XRD، نتایج به دست آمده با میکروسکوپ الکترون روبشی را تأیید می‌کند و مطابقت بالایی با آنها دارد.

شکل (۶) تصویر FESEM مناطق دندریتی و بین‌دندریتی آلیاژ پیرسازی شده در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد را به همراه آنالیز EDS از این مناطق نشان می‌دهد. غلظت عناصر آلومینیوم، تیتانیوم و نیکل در مناطق بین دندریتی افزایش یافته است، که با استناد به نتایج آنالیز XRD می‌توان بیان کرد که فازهای سوزنی شکل NiAl در مناطق بین دندریتی تشکیل شده‌اند. نتایج EDS مناطق A و B نشان داده شده در شکل (۶) در جدول (۳) ارائه شده است.



شکل ۵ الگوی پراش اشعه ایکس مربوط به آلیاژ آنتروپی بالای Al10Co25Cr8Fe15Ni36Ti6 در شرایط مختلف ریختگی و عملیات حرارتی



شکل ۶ تصاویر FE-SEM از آلیاژ Al10Co25Cr8Fe15Ni36Ti6 پیرسازی شده در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۶ ساعت

جدول ۳ نتایج آنالیز EDS مناطق A و B نشان داده شده در شکل (۶)

منطقه / عنصر		Al	Co	Cr	Fe	Ni	Ti
منطقه A (بین دندریتی)	A%	۱۱/۸۹	۲۲/۳۰	۴/۳۷	۱۰/۳۸	۴۲/۳۳	۸/۷۵
	W%	۶	۲۴/۵۸	۴/۲۵	۱۰/۸۴	۴۶/۴۹	۷/۸۴
منطقه B (دندریتی)	A%	۱۰/۵۲	۲۵/۴۸	۷/۶۲	۱۵/۲۰	۳۵/۷۹	۵/۳۹
	W%	۵/۲۷	۲۷/۸۶	۷/۳۵	۱۵/۷۴	۳۸/۹۹	۴/۷۹

جدول ۴ نتایج آزمون کشش گرم در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد
برای آلیاژ آنتروپی بالای $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$

شرایط عملیات حرارتی	استحکام تسلیم (MPa)	استحکام کششی (MPa)	Ɛf(٪)
1220 C°/17h-850C°/8h	۵۲۰/۲	۸۴۰/۹	۱۷/۹
1220 C°/17h-900C°/8h	۵۷۳/۵	۸۲۴/۸	۱۷/۶
1220 C°/17h-950C°/8h	۵۷۳/۹	۷۶۳/۴	۱۶/۶

نتایج آزمون کشش در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد برای آلیاژ آنتروپی بالای $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$ پیرسازی شده در دماهای ۸۵۰، ۹۰۰ و ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۸ ساعت در جدول (۴) نشان داده شده است.

با افزایش دمای پیرسازی، مقدار استحکام کششی و انعطاف‌پذیری کاهش و استحکام تسلیم افزایش می‌یابد. استحکام تسلیم ابتدا با افزایش دمای پیرسازی از ۸۵۰ به دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد به طور قابل ملاحظه‌ای افزایش یافته و سپس با افزایش دمای پیرسازی به ۹۵۰ سانتی‌گراد، در حدود ۵۷۳/۹ مگاپاسکال ثابت مانده است. این اتفاق را می‌توان به کاهش کسر حجمی رسوبات γ' که به دلیل افزایش دمای پیرسازی است و منجر به کاهش عدم انطباق شبکه γ' با γ و افزایش سختی می‌شود مرتبط نمود.

با انجام آزمون سختی‌سنجی، سختی نمونه همگن شده در دمای ۱۲۲۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۷ ساعت با اندازه متوسط ۲۷۳ نانومتر و کسر حجمی ۳۹ درصد برای رسوبات γ'، مقدار ۳۸۱ ویکرز به دست آمده است.

جدول (۵)، تغییرات سختی ویکرز آلیاژ آنتروپی بالای $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$ با افزایش زمان پیرسازی در دماهای ۸۵۰، ۹۰۰ و ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد را نشان می‌دهد. با افزایش زمان پیرسازی در دمای ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد رسوبات γ' اولیه (رسوبات موجود در نمونه انحلالی) شروع به رشد می‌کنند، فرایند رشد کردن موجب کاهش انرژی سطحی شده و سیستم با افزایش اندازه رسوبات به جهتی حرکت می‌کند که انرژی کل سیستم کاهش پیدا کند. با افزایش اندازه رسوبات و همچنین افزایش کسر حجمی رسوبات γ' تا زمان پیرسازی ۴ ساعت ابتدا سختی از ۳۱۲ ویکرز در زمان پیرسازی ۱ ساعت تا ۳۴۳ ویکرز در زمان پیرسازی ۴ ساعت افزایش پیدا می‌کند و سپس با افزایش زمان پیرسازی و افزایش اندازه متوسط رسوبات γ' سختی تا ۳۱۳ ویکرز در زمان پیرسازی ۱۶ ساعت، کاهش پیدا می‌کند. تشکیل فاز γ' که مانعی بر سر راه حرکت نابه‌جایی‌ها در صفحات لغزش هستند، علت پیرسختی این سوپرآلیاژ می‌باشد. با افزایش زمان پیرسازی و درشت شدن رسوبات، ذرات هم‌سیمایی خود را با زمینه از دست داده و نابه‌جایی‌هایی که در پشت ذرات و در مرزدانه‌ها انباشته شده‌اند؛ رها شده و سختی کاهش می‌یابد. درشت‌تر شدن رسوب‌های فاز γ' پس از تجمع رسوب‌ها بر روی هم، رسیدن اندازه آنها به حد بحرانی و افزایش فاصله بین آنها منجر به عبور نابجایی‌ها از رسوب‌ها از طریق حلقه زدن و کاهش سختی می‌گردد.

سختی ویکرز متناظر با دمای پیرسازی ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد و در زمان ۱ ساعت برابر با ۳۶۹ ویکرز می‌باشد. با افزایش زمان پیرسازی در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد و افزایش اندازه و کسر حجمی رسوبات γ'، سختی ابتدا تا زمان ۲ ساعت روند افزایشی داشته و سپس با افزایش زمان به ۸ ساعت روند کاهشی دارد. با افزایش زمان پیرسازی از ۸ تا ۱۶ ساعت یک افزایش اندازه چشم‌گیر در اندازه متوسط رسوبات γ' وجود دارد و در این بازه زمانی مجددا سختی از ۳۲۹ به ۳۶۵ ویکرز افزایش پیدا کرده است. با افزایش زمان پیرسازی در دمای ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد آلیاژ رفتاری مشابه حالت قبل از خود نشان می‌دهد. سختی با افزایش زمان تا ۲ ساعت افزایش پیدا می‌کند و سپس روند کاهشی از خود نشان می‌دهد. در زمان پیرسازی ۱۶ ساعت در دمای ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد، رسوبات γ' شروع به انحلال می‌کنند و کسر حجمی رسوبات تا ۲۱ درصد کاهش و سختی نیز تا ۳۲۳ ویکرز کاهش پیدا می‌کند.

جدول ۵ مقادیر سختی نمونه‌های همگن و پیرسازی شده بر حسب ویکرز

زمان پیرسازی / دمای پیرسازی	۱h	۲h	۴h	۸h	۱۶h
۸۵۰°C	۳۱۲	۳۲۹	۳۴۳	۳۱۴	۳۱۳
۹۰۰°C	۳۶۹	۳۶۱	۳۴۶	۳۲۹	۳۶۵
۹۵۰°C	۳۲۶	۳۳۹	۳۳۵	۳۲۷	۳۲۳
همگن شده در شرایط ۱۲۲۰°C/۱۷h	۳۸۱				

نتیجه‌گیری

در این پژوهش، اثر پیرسازی بر ریزساختار و خواص کششی آلیاژ آنتروپی بالای ارزیابی شده است که نتایج در ادامه بیان شده است:

۱- کسر حجمی رسوبات γ' در دمای پیرسازی ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۸ ساعت، ۶۰ درصد حجمی اندازه‌گیری شده که بیشترین مقدار در بین نمونه‌های عملیات حرارتی شده است. این مقدار در دمای ۹۰۰ و ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۶ ساعت، به ترتیب ۴۰ و ۲۱ درصد اندازه‌گیری شده است.

۲- مورفولوژی رسوبات γ' اولیه به صورت مکعبی بوده و با افزایش دمای پیرسازی از ۸۵۰ تا ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد مورفولوژی رسوبات به حالت شبه کروی و کروی تغییر پیدا کرده است.

۳- سختی از ۸۵۰ تا ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد افزایش و سپس در ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد کاهش پیدا کرده است. در بهترین شرایط ریزساختاری، سختی ۳۴۳ ویکرز به دست آمده است.

۴- با افزایش دمای پیرسازی مقدار استحکام کششی، انعطاف‌پذیری کاهش و استحکام تسلیم افزایش می‌یابد. بیشترین استحکام کششی و انعطاف‌پذیری در دمای ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد به میزان MPa ۸۴۰ و ۱۷/۹ درصد به دست آمده است.

تقدیر و تشکر

مراجع

[1] B.S. Murty and J.W.Yeh, High Entropy Alloys”, 1st ed. Elsevier, 2019.

[2] Sh. Kumar, M. Mangish, S. Kumar, A. Sharma, B. Ahn, V. Kumar, “A review on High-Temperature Applicability: A milestone for high entropy alloys”, *Engineering Science and Technology, an International Journal*, vol. 35, pp. 101211, 2022.

[3] H. M. Daoud, A. M. Manzoni, N. Wanderka, U. Glatzel, “High-temperature tensile strength of Al10Co25Cr8Fe15Ni36Ti6 compositionally complex alloy (high-entropy alloy)”, *Journal of materials*, vol. 67, pp. 2271-2277, 2015.

[4] J. Y. He, H. Wang, Y. Wu, X. J. Liu, H. H. Mao, T. G. Nieh, Z. P. Lu, “Precipitation behavior and its effects on tensile properties of FeCoNiCr high-entropy alloys”, *Intermetallics*, vol. 79, pp. 41-52, 2016.

[5] A. M. Manzoni, S. Haas, H. Daoud, U. Glatzel, C. Förster, N. Wanderka, “Tensile behavior and evolution of the phases in the Al10Co25Cr8Fe15Ni36Ti6 compositionally complex/high entropy alloy”, *Entropy*, vol. 20, pp. 646-665, 2018.

[6] L. Jiang, H. Jiang, Y. Lu, T. Wang, Z. Cao, T. Li, “Mechanical properties improvement of AlCrFeNi2Ti0. 5 high entropy alloy through annealing design and its relationship with its particle-reinforced microstructures”, *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 31, pp. 397-402, 2015.

[7] A. Munitz, S. Salhov, G. Guttmann, N. Derimow, M. Nahmany, “Heat treatment influence on the microstructure and mechanical properties of AlCrFeNiTi0. 5 high entropy alloys”, *Materials Science and Engineering*: A, vol. 742, pp. 1-14, 2019.

[8] Q. Guo, X. Xu, X. Pei, Z. Duan, P. K. Liaw, H. Hou, Y. Zhao, “Predict the phase formation of high-entropy alloys by compositions”, *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 22, pp. 3331-3339, 2022.

[9] A. Semenyuk, S. Zherebtsov, N. Stepanov, "The as-cast precipitation-strengthened N-doped Fe40Mn40Co10Cr10 high-entropy alloys", *Materials Letters*, vol. 335, pp.133756, 2023.

[10] A. Munitz, S. Salhov, S. Hayun, N. Frage, "Heat treatment impacts the micro-structure and mechanical properties of AlCoCrFeNi high entropy alloy", Journal of Alloys and Compounds,vol. 683, pp. 221-230, 2016.

[11] T.M. Butler, and M. L. Weaver, "Investigation of the phase stabilities in AlNiCoCrFe high entropy alloys", *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 691, pp. 119-129, 2017.

[12] J. Yuan, H. Zhang, Z. Wang, P. Han, J. Qiao, "Contribution of coherent precipitates on mechanical properties of CoCrFeNiTi0.2 high-entropy alloy at room and cryogenic temperatures", *Intermetallics*,vol. 154, pp. 107820, 2023.

[13] L. Ma, J. Wang, Z. Lai, Z. Wu, B. Yang, P. Zhao, "Microstructure and mechanical property of Al56-xCo24Cr20Nix eutectic high-entropy alloys with an ordered FCC/BCT phase structure", *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 936, pp. 168194, 2023.

[14] X. Zeng, F. Li, X. Zhou, W. Yan, J. Li, D. Dongye Yang, Q. Shen, X. Wang, M. Liu, "The phase stability at intermediate-temperature and mechanical behavior of the dual-phase AlCoCr0.5FexNi2.5 high entropy alloys", *Materials Chemistry and Physics*, vol. 297, pp. 127314, 2023.

[15] Q. Shen, D. Huang, F. Li, M. Liu, X. Wang, "Microstructures and mechanical properties of the precipitation strengthened Al0.4Cr0.7FexNi2V0.2 high entropy alloys", *Materials Science and Engineering*: A, vol. 864, pp. 144606, 2023.

[16] M. Asgarkhani, M. Seifollahi, S. M. Abbasi, A. Akhondzadeh, "The effects of Homogenization on microstructure and mechanical properties of AlCoCrFeNi high entropy alloys", *8th International Conference on Mechanical Engineering, Materials and Metallurg*, Tehran, pp. October 7-8, 2019. (In Persian)

[17] M. Asgarkhani, M. Seifollahi, S. M. Abbasi, "Effect of ageing on the microstructure and mechanical properties of Al0.7CoCrFeNi high entropy alloy", *International Journal of Engineering*, vol. 36, pp. 1-7, 2023.

[18] A. M. Manzoni, S. Haas, J. M. Yu, H. M. Daoud, U. Glatzel, H. Aboulfadl, N. Wanderka, "Evolution of γ/γ'phases, their misfit and volume fractions in Al10Co25Cr8Fe15Ni36Ti6 compositionally complex alloy", *Materials Characterization*, vol. 154, pp. 363-376. 2019.

[19] T. K. Tsao, A. C. Yeh, C. M. Kuo, K. Kakehi, H. Murakami, J. W. Yeh, S. R. Jian, "The high temperature tensile and creep behaviors of high entropy superalloy", Scientific reports, vol. 7, pp. 1-9, 2017.

[20] R. Völkl, U. Glatzel, M. Feller-Kniepmeier, "Measurement of the lattice misfit in the single crystal nickel based superalloys CMSX-4, SRR99 and SC16 by convergent beam electron diffraction", *Acta materialia*, vol. 46, pp. 4395-4404, 1998.

[21] H. Biermann, M. Strehler, H. Mughrabi, "High-temperature measurements of lattice parameters and internal stresses of a creep-deformed monocrystalline nickel-base superalloy", *Metallurgical and Materials Transactions*

A, vol. 27, pp. 1003-1014, 1996.

[22] M. Shamsian, H. Arabi, M. A. Boutorabi, "Investigation of Morphology and Particle Size of γ' in Nickel Base Superalloy X-750 under Different Aging Temperatures", *Journal of Advanced Materials and Technologies*, Vol.9, 43-51, 2020. In Persian

[23] A. Baldan, A. "Review progress in Ostwald ripening theories and their applications to nickel-base superalloys Part I: Ostwald ripening theories", *Journal of materials science*, vol. 37, pp. 2171-2202, 2002.